

10/502257

Rec'd PCT PTO 23 JUL 2004  
PCT/JP03/10081

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

07.08.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application: 2002年 8月 8日

出願番号  
Application Number: 特願 2002-231780

[ST. 10/C]: [JP 2002-231780]

出願人  
Applicant(s): 核燃料サイクル開発機構  
株式会社コベルコ科研

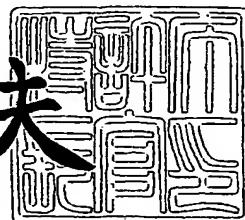
REC'D 26 SEP 2003  
WIPO PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月 11日

特許長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P0208001E  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 核燃料サイクル  
開発機構 大洗工学センター内  
【氏名】 大塚 智史  
【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 核燃料サイクル  
開発機構 大洗工学センター内  
【氏名】 鵜飼 重治  
【発明者】  
【住所又は居所】 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002 核燃料サイクル  
開発機構 大洗工学センター内  
【氏名】 皆藤 威二  
【発明者】  
【住所又は居所】 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5-5 株式会社コベル  
コ科研内  
【氏名】 藤原 優行  
【特許出願人】  
【識別番号】 000224754  
【氏名又は名称】 核燃料サイクル開発機構  
【特許出願人】  
【識別番号】 000130259  
【氏名又は名称】 株式会社 コベルコ科研

**【代理人】**

【識別番号】 100067046

**【弁理士】**

【氏名又は名称】 尾股 行雄

【電話番号】 03-3543-0036

**【選任した代理人】**

【識別番号】 100096862

**【弁理士】**

【氏名又は名称】 清水 千春

【電話番号】 03-3543-0036

**【手数料の表示】**

【予納台帳番号】 008800

【納付金額】 21,000円

**【提出物件の目録】**

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼において、鋼中の過剰酸素量（鋼中の酸素量からY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中の酸素量を差し引いた値）が0.46 Ti質量%未満となるようにTiの含有量を前記0.1～1.0質量%の範囲内で調整することにより分散酸化物粒子を微細高密度化したことを特徴とする高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼。

【請求項2】 元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより、質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、前記Ar雰囲気として純度99.9999質量%以上のArガスを用いることにより、鋼中の過剰酸素量（鋼中の酸素量からY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中の酸素量を差し引いた値）を0.46 Ti質量%未満となるようにしたことを特徴とする高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼の製造方法。

【請求項3】 元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより、質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、機械的合金化処理時の攪拌エネルギーを小さくして攪拌時の酸素巻き込みを抑制することにより、鋼中の過剰酸素量（鋼中の酸素量からY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>中の酸素量を差し引いた値）を0.46 Ti質量%未満となるようにしたことを特徴とする高温強度に

優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼の製造方法。

**【請求項 4】** 元素粉末または合金粉末と  $Y_2O_3$  粉末を Ar 雰囲気中で機械的合金化処理することにより、質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、 $Y_2O_3$  が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなる $Y_2O_3$ 粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、前記 $Y_2O_3$ 粉末に代えて金属Y粉末を使用することにより、鋼中の過剰酸素量（鋼中の酸素量から $Y_2O_3$ 中の酸素量を差し引いた値）を0.46 Ti 質量%未満となるようにしたことを特徴とする高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼の製造方法。

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

**【発明の属する技術分野】**

本発明は、高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型（ODS）鋼およびこれを製造する方法に関するものである。

**【0002】**

本発明のマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼は、優れた高温強度やクリープ強度が求められる高速増殖炉燃料被覆管用材料、核融合炉第一壁材料、火力発電用材料等に好ましく利用できる。

**【0003】**

**【従来の技術】**

優れた高温強度と耐中性子照射特性が要求される原子炉、特に高速炉の構成部材には、従来よりオーステナイト系ステンレス鋼が用いられてきたが、耐スエーリング特性などの耐照射特性に限界がある。一方、マルテンサイト系ステンレス鋼は耐照射特性に優れるものの、高温強度が低い欠点がある。

**【0004】**

そこで、耐照射特性と高温強度特性の両方を具備した材料として、マルテンサイト系酸化物分散強化型鋼が開発され、この鋼中にTiを添加して酸化物分散粒子を微細分散化させることによって、高温強度を向上させる技術が提案されてい

る。

### 【0005】

例えば特開平5-18897号公報には、質量%で、C:0.05~0.25%、Si:0.1%以下、Mn:0.1%以下、Cr:8~12%（但し12%は含まず）、Mo+W:0.1~4.0%、O ( $Y_2 O_3$  および $TiO_2$  分は除く):0.01%以下、残部がFeおよび不可避不純物からなり、かつ平均粒径1000Å以下の $Y_2 O_3$  と $TiO_2$  による複合酸化物粒子が $Y_2 O_3 + TiO_2 = 0.1 \sim 1.0\%$ 、分子比で $TiO_2 / Y_2 O_3$  と=0.5~2.0の範囲で基地に均一に分散されている焼戻しマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼が記載されている。

### 【0006】

#### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、 $Y_2 O_3$  と $TiO_2$  の合計量とそれらの比率、さらにはMoとWの合計量を特開平5-18997号公報の教示のように調整してマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造しても、酸化物粒子が均一に微細分散化されない場合もあり、この場合には目的とする高温強度の向上効果が達成できないことになる。

### 【0007】

そのため本発明は、酸化物粒子が微細化され均一かつ高密度に分散されている組織が確実に得られ、その結果、優れた高温強度が発現するマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼、およびその製造方法を提供することを目的としてなされたものである。

### 【0008】

#### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は、マルテンサイト系酸化物分散強化型鋼中の過剰酸素量（鋼中の酸素量から $Y_2 O_3$  中の酸素量を差し引いた値）が高温強度と密接な関係を有することに着目し、鋼中の過剰酸素量を調整することによって、高温強度を確実に改善できることを見出し、本発明を完成させたものである。

### 【0009】

すなわち本発明の高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼は、質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼において、鋼中の過剰酸素量が0.46Ti質量%未満となるようにTi含有量を前記0.1～1.0%の範囲内で調整することにより分散酸化物粒子を微細高密度化したことを特徴とするものである。（なお、以下の本明細書中の記載において「%」はいずれも「質量%」を表すものとする。）

### 【0010】

かような本発明によれば、鋼中の過剰酸素量が0.46Ti%未満となるように鋼中のTi量を0.1～1.0%の範囲内で調整することにより、鋼中に分散したY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を微細高密度化することができ、その結果、鋼の高温短時間強度および高温長時間強度を向上させることができるとなる。

### 【0011】

上記したごとき本発明の鋼を製造するに際しては、元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより得られるが、この製造過程において、鋼中に混入する酸素量を抑制することによって、得られた鋼中の過剰酸素量を0.46Ti%未満とすることもできる。

### 【0012】

すなわち本発明は、元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、前記Ar雰囲気として純度99.9999%以上のArガスを用いることにより、鋼中の過剰酸素量を0.46Ti%未満となるようにしたことを特徴とするものである。

### 【0013】

さらに本発明は、元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～1

2. 0%、Wが0. 1~4. 0%、Tiが0. 1~1. 0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0. 1~0. 5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、機械的合金化処理時の攪拌エネルギーを小さくして攪拌時の酸素巻き込みを抑制することにより、鋼中の過剰酸素量を0. 46 Ti%未満となるようにしたことを特徴とするものである。

#### 【0014】

さらにまた本発明は、元素粉末または合金粉末とY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末をAr雰囲気中で機械的合金化処理することにより、Cが0. 05~0. 25%、Crが8. 0~12. 0%、Wが0. 1~4. 0%、Tiが0. 1~1. 0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0. 1~0. 5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を製造する方法において、前記Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末に代えて金属Y粉末を使用することにより、鋼中の過剰酸素量を0. 46 Ti%未満となるようにしたことを特徴とするものである。

#### 【0015】

##### 【発明の実施の形態】

以下に本発明のマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼の化学成分およびその限定理由について説明する。

#### 【0016】

Crは、耐食性の確保に重要な元素であり、8. 0%未満となると耐食性の悪化が著しくなる。また12. 0%を超えると、靭性および延性の低下が懸念される。この理由から、Cr含有量は8. 0~12. 0%とする。

#### 【0017】

Cは、Cr含有量が8. 0~12. 0%の場合に、組織を安定なマルテンサイト組織とするためには0. 05%以上含有させる必要がある。このマルテンサイト組織は1000~1150℃の焼ならし+700~800℃の焼戻し熱処理により得られる。C含有量が多くなるほど炭化物(M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C等)の析出量が多くなり高温強度が高くなるが、0. 25%より多量に含有すると加工性が悪くなる。この理由から、C含有量は0. 05~0. 25%とする。

## 【0018】

Wは、合金中に固溶し高温強度を向上させる重要な元素であり、0.1%以上添加する。W含有量を多くすれば、固溶強化作用、炭化物（M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、M<sub>6</sub>C等）析出強化作用、金属間化合物析出強化作用により、クリープ破断強度が向上するが、4.0%を超えるとフェライト量が多くなり、かえって強度も低下する。この理由から、W含有量は0.1~4.0%とする。

## 【0019】

Tiは、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の分散強化に重要な役割を果たし、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>と反応してY<sub>2</sub>Ti<sub>2</sub>O<sub>7</sub>またはY<sub>2</sub>TiO<sub>5</sub>という複合酸化物を形成して、酸化物粒子を微細化させる働きがある。この作用はTi含有量が1.0%を超えると飽和する傾向があり、0.1%未満では微細化作用が小さい。この理由から、Ti含有量は0.1~1.0%とする。

## 【0020】

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は、分散強化により高温強度を向上させる重要な添加物である。この含有量が0.1%未満の場合には、分散強化の効果が小さく強度が低い。一方、0.5%を超えて含有すると、硬化が著しく加工性に問題が生じる。この理由から、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の含有量は0.1~0.5%とする。

## 【0021】

本発明のマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼の一般的製造方法としては、上記した各成分を元素粉末または合金粉末およびY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末として目標組成となるように混合し、粉末混合物を高エネルギートライターに装入してAr雰囲気中で攪拌する機械的合金化処理（メカニカルアロイング）を行った後、得られた合金化粉末を軟鉄製カプセルに充填して脱気、密封し、1150℃に加熱して熱間押出しを行うことにより合金化粉末を固化させる方法が採用できる。

## 【0022】

この製造過程において、機械的合金化処理時のAr雰囲気におけるArガス純度は通常99.99%のものを使用しているが、かような高純度Arガスを用いた場合でも鋼中の酸素の混入は僅かではあるが避けられない。本発明においては、Arガスとして99.999%以上の超高純度のものを使用することによ

って、鋼中への酸素の混入を低減でき、その結果、得られた鋼中の過剰酸素量（Ex. O）を所定量以下に調整することができる。

#### 【0023】

また、原料粉末の混合物を高エネルギーアトライターに装入して攪拌することにより機械的合金化処理を行うに際して、アトライター内での攪拌エネルギーを小さくして、攪拌時の酸素巻き込みを抑制することによっても、鋼中の過剰酸素量を低減させることができる。攪拌エネルギーを小さくするための具体的な手段としては、アトライター内部に配設されている攪拌装置（アジテータ）の回転速度を低くすること、あるいは攪拌装置に取り付けられているピンの長さを短くすること等が考えられる。

#### 【0024】

さらにまた、元素粉末または合金粉末および $Y_2O_3$ 粉末を混合して目標組成に調合する際に、 $Y_2O_3$ 粉末を使用する代わりに金属Y粉末を原料粉末として使用することにより、機械的合金化時等の製造プロセスで混入する酸素、あるいは不安定酸化物（ $Fe_2O_3$ 等）を添加した場合に増加する鋼中の過剰酸素と、Y金属が反応して熱力学的に安定な $Y_2O_3$ 分散粒子が形成される。その結果、鋼中の過剰酸素量を効果的に低減させることができる。なお、この場合の鋼中の過剰酸素量は、添加金属Yがすべて $Y_2O_3$ となるものとして算出する。

#### 【0025】

##### 【試験例】

表1は、マルテンサイト系酸化物分散強化型鋼試作材の目標組成、成分の特徴、および製造条件をまとめて示している。

#### 【0026】

【表1】

試作材番号	目標組成	成分の特徴	製造条件
MM11	0.13C-9Cr-2W-0.20Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	基本組成	搅拌工ネルギー:小 雰囲気:99.99%Ar
MM13	0.13C-9Cr-2W-0.20Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	基本組成	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.99%Ar
T14	0.13C-9Cr-2W-0.20Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	基本組成	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.99%Ar
T3	0.13C-9Cr-2W-0.20Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.17Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	不安定酸化物(Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )添加	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.99%Ar
T4	0.13C-9Cr-2W-0.50Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ti 増加	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.99%Ar
T5	0.13C-9Cr-2W-0.50Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -0.33Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	不安定酸化物(Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )添加	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.99%Ar
E5	0.13C-9Cr-2W-0.20Ti-0.35Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	基本組成	搅拌工ネルギー:大 雰囲気:99.9999%Ar

【0027】

各試作材とも、元素粉末あるいは合金粉末と Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末を目標組成に調合し、高エネルギートライター中に装入後、Ar 雰囲気中で搅拌して機械的合金化

処理を行った。アトライターの回転数は約220 r p m、搅拌時間は約48 h rとした。得られた合金化粉末を軟鉄製カプセルに充填後、高温真空脱気して約1150~1200°C、7~8:1の押出比で熱間押出しを行い、熱間押出棒材を得た。

#### 【0028】

表1中の各試作材とともに、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  粉末だけでなくTiを添加して、TiとYの複合酸化物形成により、酸化物分散粒子の微細高密度化を図っている。MM11、MM13、T14およびE5は、組成としては基本組成であり、T3はMM13、T14の基本組成に不安定酸化物( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )を添加して意図的に過剰酸素量を増加させた試料、T4はMM13、T14の基本組成に対してTi添加量を増加させた試料、T5は不安定酸化物( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )を添加して過剰酸素量を増加させるとともにTi添加量を増加させた試料である。

#### 【0029】

また、表1の製造条件(機械的合金化処理条件)における“搅拌エネルギー”とは、機械的合金化処理に際して原料粉末を搅拌するためのアトライター内部に配設した搅拌装置のピンの長さの相違を表わし、“搅拌エネルギー：大”とは通常の長さのピンを使用し、“搅拌エネルギー：小”とは通常より短いピンを使用したことを示している。すなわち、搅拌装置の回転数を同じにしても、ピンが短い場合には通常の長さのピンよりも搅拌エネルギーが小さいため、搅拌時の酸素の巻き込み量が低減される。表1中のMM11のみは、ピンが短かく搅拌エネルギーの小さい搅拌装置を使用したが、その他はすべて通常の長さのピンを有する搅拌エネルギーの大きい搅拌装置を使用した。またAr雰囲気については、表1中のE5のみを純度99.9999%の超高純度Arガスを使用し、その他はすべて純度99.99%の高純度Arを使用した。

上記で得られた各試作材の成分分析結果を表2にまとめて示す。

#### 【0030】

【表2】

区別	化学成分 (wt%)												
	C	S i	Mn	P	S	N i	C r	W	T i	Y	O	N	A r
基本組成目標範囲	0.11 ~ 0.15	<0.20 0.20	<0.20 <0.02	<0.02 <0.20	<0.20 0.003	0.20 <0.01	8.5 9.5	1.8 2.2	0.18 0.22	0.26 0.29	0.15 0.25	~ ~	<0.07 <0.07
目標値	0.13	-	-	-	-	9.00	2.00	0.20	0.275	0.20	-	-	-
MH-1	0.14	<0.01	<0.01	0.002	0.003	<0.01	9.00	1.92	0.20	0.28	0.15	0.009	0.003
MH-3	0.14	<0.005	<0.01	0.001	0.003	0.01	8.80	1.95	0.21	0.27	0.21	0.009	0.005
T-14	0.14	<0.005	<0.01	0.002	0.003	0.04	8.80	1.96	0.21	0.26	0.18	0.013	0.005
T-3	0.13	<0.005	<0.01	0.002	0.003	0.01	8.75	1.93	0.21	0.27	0.22	0.012	0.005
T-4	0.13	<0.005	<0.01	0.002	0.003	0.01	8.72	1.93	0.46	0.27	0.18	0.009	0.005
T-5	0.13	<0.005	<0.01	0.002	0.003	0.01	8.75	1.93	0.46	0.27	0.24	0.011	0.005
E5	0.13	<0.005	<0.01	<0.005	0.002	0.01	8.89	1.97	0.21	0.28	0.16	0.009	0.005

【0031】

### 〈クリープ破断試験〉

上記で得られた熱間押出棒材を管状に加工した後、焼ならし（1050°C×1 h r・空冷）+焼戻し（800°C×1 h r・空冷）からなる最終熱処理を施した。製管工程は、1回目冷間圧延+軟化熱処理→2回目冷間圧延+軟化熱処理→3回目冷間圧延+軟化熱処理→4回目冷間圧延+最終熱処理により行った。

かくして得られた管状試験片について、700°Cクリープ破断試験を行った結果を図1のグラフに示す。このグラフから、MM11、T4、T5およびE5の各試作材のクリープ破断強度が他の試作材に比べて優れていることがわかる。

なお図1のグラフ中の矢印は、試験時間経過時において未だ破断しておらず、破断時間が伸び得るものであることを表している。

### 【0032】

#### 〈引張強度試験〉

試作材MM13、MM11、T5について、試験温度700°Cおよび800°Cで引張強度試験を行った結果を図2のグラフに示す。MM11とMM13についてはクリープ破断試験に供したものと同様な管状の試験片を用いた。試作材を管材として用いる場合には周方向の強度が重要となるため、直径6.9mm×肉厚0.4mm(MM13)または直径8.5mm×肉厚0.5mm(MM11)の管状試験片の周方向にゲージ部を設け、周方向の引張強度試験(リング引張強度試験)を行った。ゲージ部の長さは2mm、幅は1.5mmとした。T5は丸棒材であるので、直径6mm×長さ30mmのゲージ部を設け、軸方向の引張強度試験を行った。マルテンサイト系酸化物分散強化型鋼は等方的な組織を有しており強度に異方性がないことから、MM13、MM11の引張強度試験結果とT5の引張強度試験結果を直接比較することができる。歪み速度はJIS Z2241に従って、0.1%/min～0.7%/minの間で設定した。

図2のグラフからわかるように、MM13の基本組成の試作材に比べて、MM11とT5の試作材が0.2%耐力および引張強度ともに優れている。

### 【0033】

#### 〈顕微鏡観察〉

上記で得られた熱間押出棒材に最終熱処理として焼ならし（1050°C×1 h

r) 熱処理を施した各試作材について、透過型電子顕微鏡観察を行った結果を図3（Ti添加量0.2%の試作材）と図4（Ti添加量0.5%の試作材）に示す。

図3においては、T14、MM13、T3に比べて、MM11の試作材がY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子の微細高密度化が生じており、図4においては、T4、T5のいずれもY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子の微細高密度化が生じている。

#### 【0034】

##### 〈Ti含有量と過剰酸素量〉

各試作材について、表2の成分分析結果におけるTi含有量と過剰酸素量（Ex. O）との関係を図3のグラフに示す。このグラフの斜線部分に含まれるMM11、T4、T5、E5の各試作材が、クリープ破断強度や引張強度に優れ、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子の微細高密度化が生じているものである。すなわち、Ti含有量が0.1%以上では過剰酸素量（Ex. O）<0.46 Tiの関係を満たす試作材が、分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子が微細高密度化し、高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼をもたらすことがわかる。

#### 【0035】

##### 〈Ti含有量の調整〉

基本組成のMM13試作材（Ti含有量0.21%；過剰酸素量0.137>0.46 Ti）と、Ti含有量を増加したT4試作材（Ti含有量0.46%；過剰酸素量0.107<0.46 Ti）とを比較すると、T4の方が分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子の微細高密度化が生じており、クリープ破断強度も高いものとなっている。

また、基本組成のMM13にFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加して意図的に過剰酸素量を増加させたT3試作材（Ti含有量0.21%；過剰酸素量0.147>0.46 Ti）は、基本組成のMM13試作材より分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子が粗大化しており、クリープ破断強度も低下している。しかし、過剰酸素量が増加したT3試作材に対してTiをさらに増加して添加することにより、T5試作材（Ti含有量0.46%；過剰酸素量0.167<0.46 Ti）に見られるように、過剰酸素量を0.46 Ti%未満とすることができます、T3に比べて分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を微細高

密度化でき、クリープ破断強度も向上させることができる。

このことから、鋼中のTi含有量を0.1~0.5%の所定範囲内で過剰酸素量<0.46Tiとなるように調整したマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼は、分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子が微細高密度化され、高温強度に優れたものとなることがわかる。

### 【0036】

#### 〈Arガスの純度〉

基本組成のMM13試作材（過剰酸素量0.137>0.46Ti）と同じ組成のE5試作材（過剰酸素量0.084<0.46Ti）でも、機械的合金化処理時のAr雰囲気に用いるArガスを高純度の99.99%から超高純度の99.9999%とすることにより、アトライター内での搅拌中に酸素の混入が低減でき、鋼中の過剰酸素量を0.46Ti%未満に抑えることができる。

このことから、機械的合金化処理時のAr雰囲気を99.9999%以上の超高純度Arガスとすることにより、分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子が微細高密度化され、高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼が得られることがわかる。

### 【0037】

#### 〈機械的合金化処理時の搅拌エネルギーの調整〉

基本組成のMM13試作材（過剰酸素量0.137>0.46Ti）と、同じ組成のMM11試作材（過剰酸素量0.07<0.46Ti）とを比較すると、機械的合金化処理時のアトライター内部搅拌装置のピンの長さを通常より短くして搅拌エネルギーを小さくして得られたMM11試作材が過剰酸素量を0.46Ti%未満に抑えることができる。

また、MM11試作材は、MM13試作材に比べて分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を微細高密度化でき、クリープ破断強度や引張強度を向上させることができる。

このことから、機械的合金化処理時の搅拌エネルギーを小さくして搅拌時の酸素巻き込み量を抑制することにより、分散Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子が微細高密度化され、高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼が得られることがわかる。

### 【0038】

#### 【発明の効果】

以上説明したところからわかるように本発明によれば、鋼中の過剰酸素量に着目して、この過剰酸素量を0.46Ti%未満となるようにTi含有量を調整し、あるいは製造過程での酸素の混入を低減することによって、酸化物分散粒子が微細高密度化された組織を確実に得ることができ、その結果、優れた高温強度を有するマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 各試作材の700℃クリープ破断試験結果を示すグラフ。

【図2】 試作材MM11、T5、MM13についての700℃および800℃での引張試験結果を示すグラフ。(a)は0.2%耐力および(b)は引張強度である。

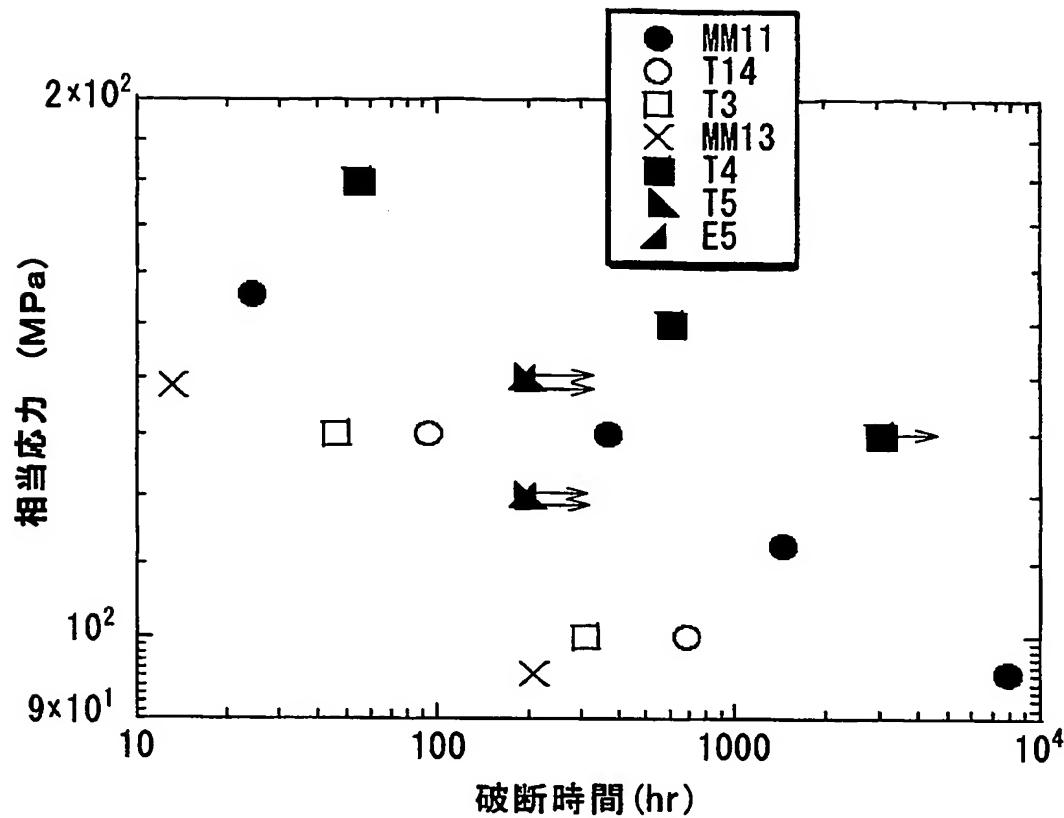
【図3】 Ti添加量0.2%の試作材MM11、T14、MM13、T3の透過型電子顕微鏡写真。

【図4】 Ti添加量0.5%の試作材T4、T5の透過型電子顕微鏡写真。

【図5】 各試作材のTi含有量と過剰酸素量(E<sub>x.O</sub>)との関係を示すグラフ。斜線部分が酸化物分散粒子微細化が達成されるE<sub>x.O</sub><0.46Tiを満たす領域である。

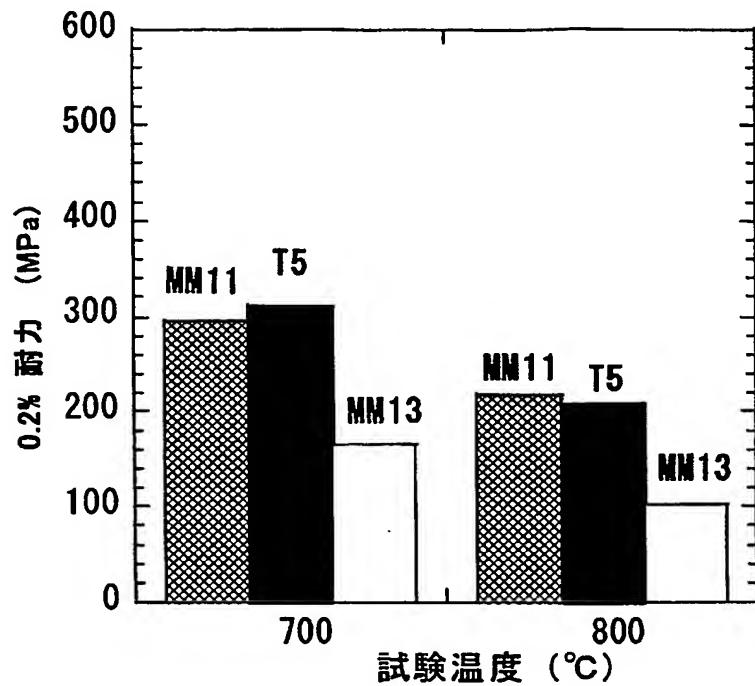
【書類名】 図面

【図1】

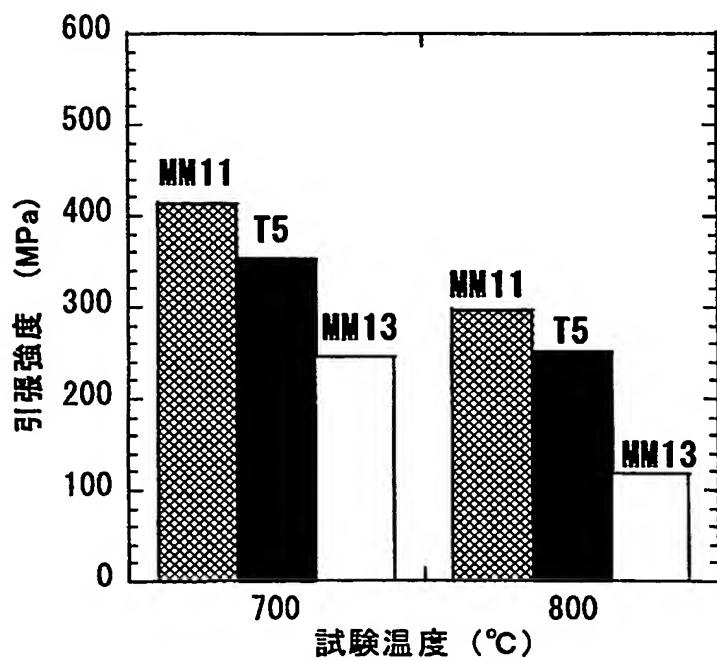


【図2】

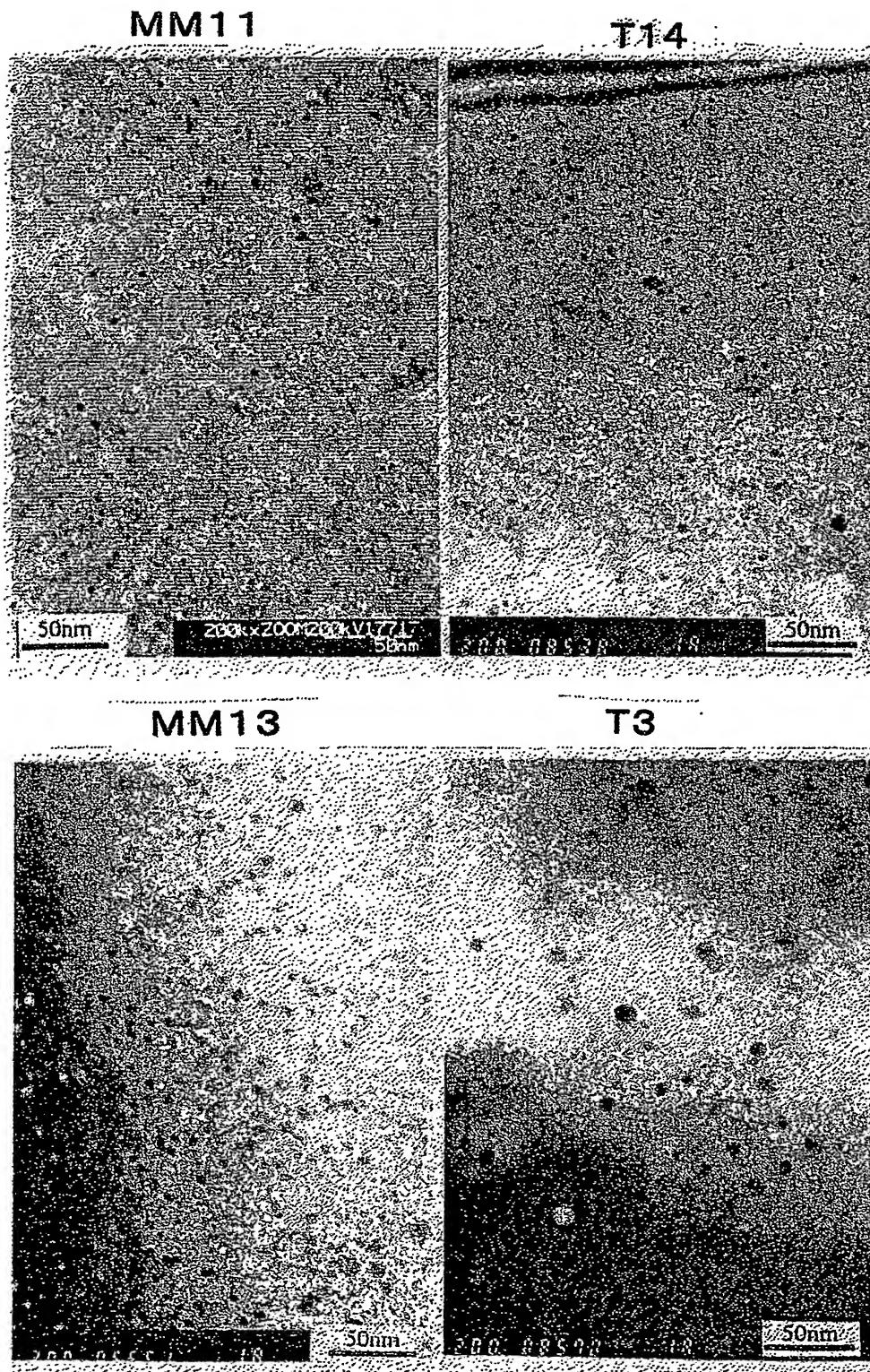
(a) 0.2%耐力



(b) 引張強度



【図3】

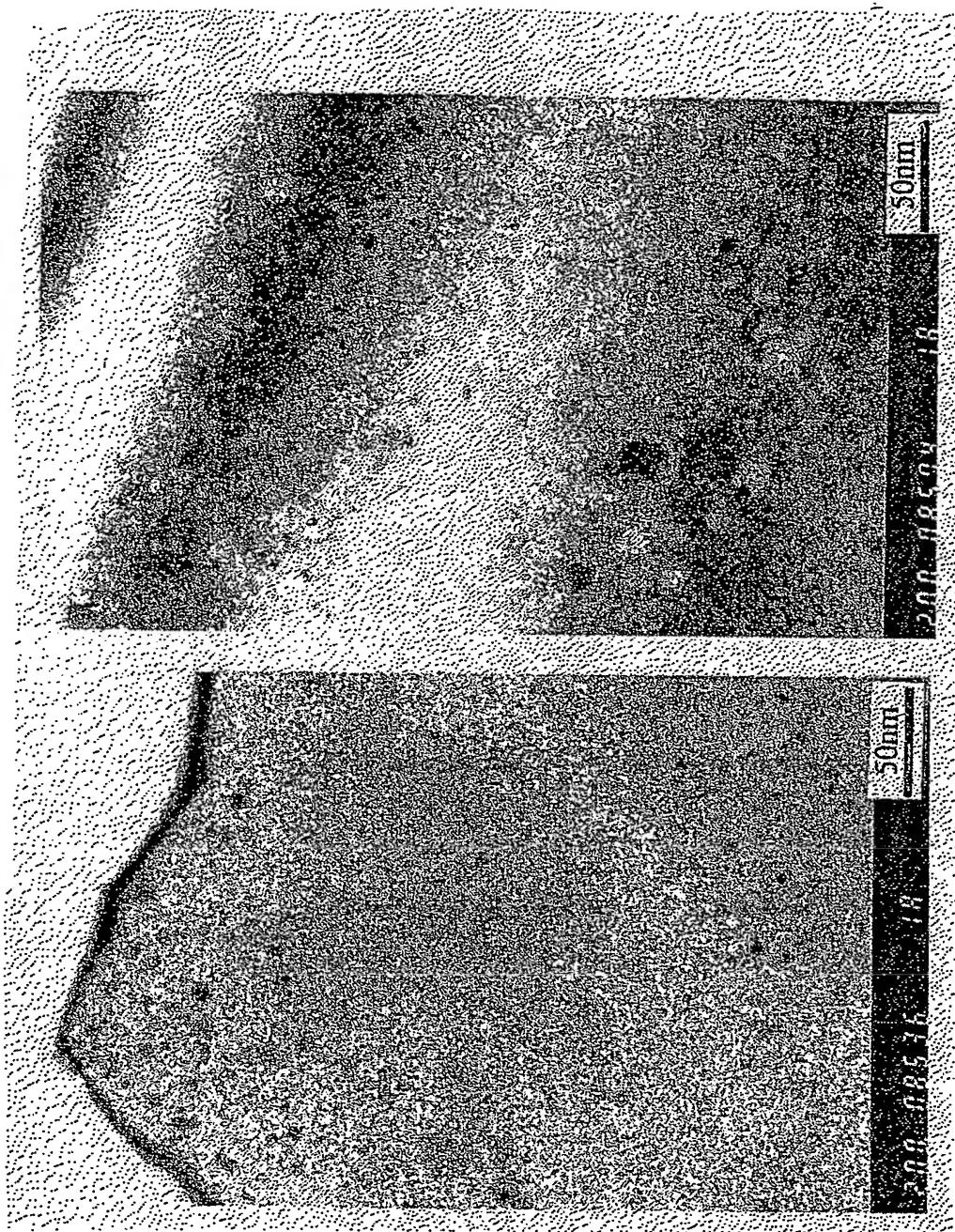


BEST AVAILABLE COPY

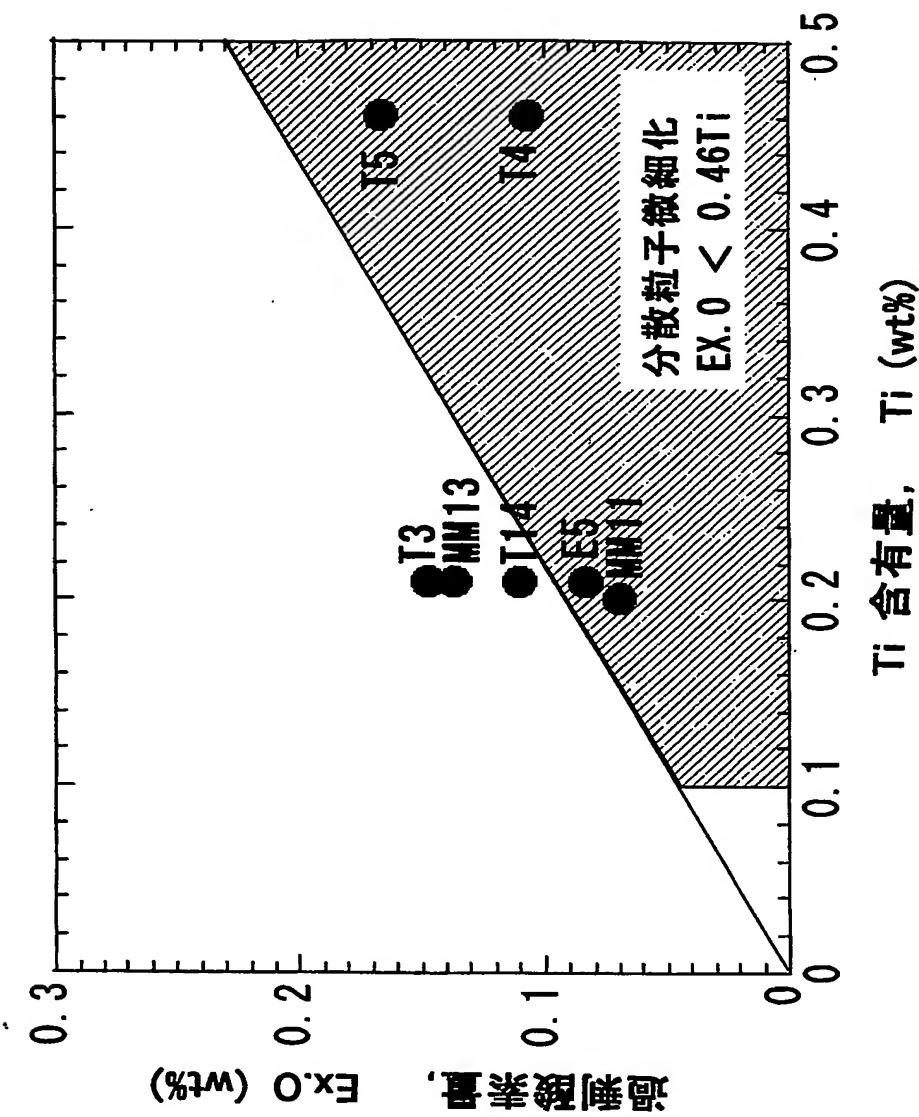
出証特2003-3074505

【図4】

T5  
T4



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 酸化物粒子が微細化され均一かつ高密度に分散されている組織が確実に得られ、その結果、優れた高温強度が発現するマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼、およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 質量%で、Cが0.05～0.25%、Crが8.0～12.0%、Wが0.1～4.0%、Tiが0.1～1.0%、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が0.1～0.5%、残部がFeおよび不可避不純物からなるY<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粒子を分散させたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼であって、鋼中の過剰酸素量が0.46Ti質量%未満となるようにTi含有量を前記0.1～1.0%の範囲内で調整することにより分散酸化物粒子を微細高密度化し、高温強度に優れたマルテンサイト系酸化物分散強化型鋼が得られる。原料粉末を機械的合金化処理する過程で、99.999%以上の超高純度Ar雰囲気で行うこと、攪拌エネルギーを小さくすること、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末の代わりに金属Y粉末を使用することによって、鋼中に混入する酸素量を抑制して過剰酸素量を0.46Ti%未満とすることもできる。

【選択図】 なし

## 認定・付加情報

特許出願の番号 特願2002-231780  
受付番号 50201183189  
書類名 特許願  
担当官 第四担当上席 0093  
作成日 平成14年 8月 9日

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

【提出日】 平成14年 8月 8日

次頁無

出証特2003-3074505

特願2002-231780

出願人履歴情報

識別番号 [000224754]

1. 変更年月日 1990年 8月13日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都港区赤坂1丁目9番13号  
氏 名 動力炉・核燃料開発事業団

2. 変更年月日 1998年10月 6日

[変更理由] 名称変更

住 所 变更  
茨城県那珂郡東海村村松4番地49  
氏 名 核燃料サイクル開発機構

特願2002-231780

出願人履歴情報

識別番号 [000130259]

1. 変更年月日 1995年 8月30日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 神戸市中央区磯上通二丁目2番21号  
氏 名 株式会社コベルコ科研
2. 変更年月日 1999年 7月30日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通1丁目5番1号  
氏 名 株式会社コベルコ科研